

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-057772  
(43)Date of publication of application : 12.03.1988

(51)Int.Cl. C23C 16/32  
H01L 21/205  
H01L 33/00  
H05B 33/10  
H05B 33/14

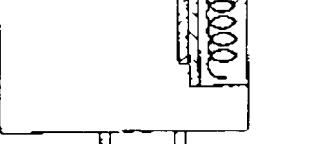
(21)Application number : 61-199641 (71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD  
(22)Date of filing : 26.08.1986 (72)Inventor : YAMAZOE HIROSHI  
FUJITA SHINGO  
KIKUCHI ISAKO  
OOTA ISAO

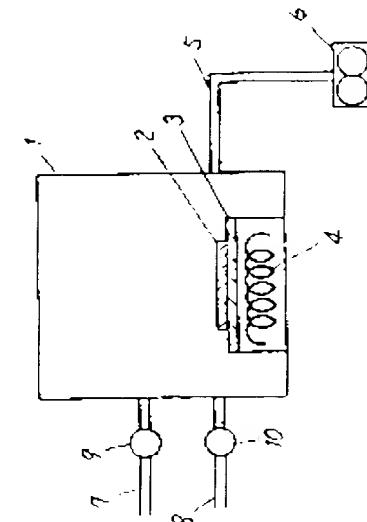
#### (54) PREPARATION OF SILICON CARBIDE FILM

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To form an SiC film having various excellent characteristics on a substrate surface by repeating many times a stage for alternately introducing a C-contg. gaseous compd. and Si-contg. gaseous compd. into a vacuum vessel in which the substrate heated to a specific temp. is put.

CONSTITUTION: The substrate 2 consisting of a quartz plate, etc., is placed on a susceptor 3 for supporting in a reaction chamber 1 and is heated to 500W900° C by a heater 4. The inside of the reaction chamber 1 is simultaneously evacuated by a pump 6 to about 10-4Torr vacuum and in succession thereof, the C-contg. gaseous compd. which is carbohydrate such as CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> or C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> or CClH<sub>3</sub> or CCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub> contg. C and Cl is introduced for one second from a pipe 8 through a solenoid valve 10 into the chamber. After the solenoid valve 10 is closed, the gaseous compd. contg. Si and Cl such as SiClH<sub>3</sub> or SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub> is introduced for one second from a pipe 7 through a solenoid valve 9 into the chamber. The SiC film as a light emitting element material or as a material for high-temp. transistors and diodes is formed on the substrate 2 at a relatively low temp. by repeating such operation many times.





## LEGAL STATUS

## ⑪ 公開特許公報 (A)

昭63-57772

⑤Int.Cl. 1

C 23 C 16/32  
H 01 L 21/205  
33/00  
H 05 B 33/10  
33/14

識別記号

庁内整理番号

⑥公開 昭和63年(1988)3月12日

6554-4K  
7739-5F  
A-6819-5F  
6744-3K  
6744-3K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑦発明の名称 炭化硅素膜の製法

⑧特願 昭61-199641

⑨出願 昭61(1986)8月26日

⑩発明者 山添 博司	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑪発明者 藤田 晋吾	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑫発明者 菊池 伊佐子	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑬発明者 太田 敏夫	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑭出願人 松下電器産業株式会社	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑮代理人 井理士 中尾 敏男	外1名	

## 明細書

## 1. 発明の名称

炭化硅素膜の製法

## 2. 特許請求の範囲

- (1) 所定温度以下に保った基板を、順次、炭素 (C) を含む気体状化合物に晒し、前記基板の近傍の気体を排気し、前記基板を硅素 (Si) を含む気体状化合物に晒し、さらに前記基板の近傍の気体を排気するという過程を複数回繰り返すことを特徴とする炭化硅素 ( $Si + C$ ) 膜の製法。
- (2) 炭素 (C) を含む気体状化合物が炭化水素であり、硅素 (Si) を含む気体状化合物が塩素 (Cl) をも含むものであることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の炭化硅素 ( $Si + C$ ) 膜の製法。
- (3) 炭素 (C) を含む気体状化合物が塩素 (Cl) を含むものであり、硅素 (Si) を含む気体状化合物が水素化硅素であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項または第(2)項のいずれかに記載の炭化硅素 ( $Si + C$ ) 膜の製法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 産業上の利用分野

本発明は電場発光素子、特に青色や紫外線発光が期待出来る発光素子の材料として、また、高温用トランジスター、ダイオードのための材料として、さらにはスピーカーの振動板等、構造材として優れた性質を有する炭化硅素 (SiC) 膜の製法に関するものである。

## 従来の技術

比較的良質の炭化硅素 (SiC) 膜は、1300℃～1800℃程度の高温に保った基板上に化学蒸着 (CVD) 法によって形成される（日本学術振興会薄膜第131委員会編「薄膜ハンドブック」、pp 211）。

## 発明が解決しようとする問題点

比較的良質の炭化硅素 (SiC) 膜は、1300℃～1800℃程度の高温に基板を保つ必要があり、このことから基板の選択に大きな制限が加わり、かつ、生産性も著しく低下している。

更に、基板を高温に保つことから、基板支持用

セプター等からの不純物の混入を避け難くし、また、膜形成の再現性の維持を困難とする。

炭化硅素(SiC)膜の化学蒸着(CVD)法による製膜においては、膜のストイキオメトリーを保つための複数の原料気体の制御が非常に微妙となる。

#### 問題点を解決するための手段

本発明は前述のような問題点を解決するために、所定温度以下に保った基板を、順次、炭素(C)を含む気体状化合物に晒し、前記基板の近傍の気体を排気し、前記基板を硅素(Si)を含む気体状化合物に晒し、さらに前記基板の近傍の気体を排気するという過程を複数回繰り返すことを特徴とする炭化硅素(SiC)膜の製法を提供するものである。

さらに望ましい製法として、炭素(C)を含む気体状化合物が炭化水素であり、硅素(Si)を含む気体状化合物が塩素(Cl)を含むものであることを特徴とするような前述の炭化硅素(SiC)膜の製法、あるいは、炭素(C)を含

む気体状化合物が塩素(Cl)を含むものであり、硅素(Si)を含む気体状化合物が水素化硅素であることを特徴とするような前述の炭化硅素(SiC)膜の製法を提供するものである。

前述の所定温度とは、原則的には、或る気体に基板が晒されたとき、基板の表面分子への前記気体の分子の吸着が生起し、かつ、基板表面での前記気体の分子の熱分解が急激には生起しないような基板の温度を言う。なお、膜の連続的な形成は、つぎに到来する異種の気体分子が、前述の吸着された分子に吸着され、反応することによりなさる。すなわち、炭化硅素(SiC)膜の形成は、分子一層毎に形成される。また、実際には前記所定温度は、実験で決められる。

前記炭化水素とは、例えば、メタン、エタン、プロパン、ベンタジン、エテン、プロペン、ペントンやベンゼン等をさす。前記硅素(Si)を含み、かつ、塩素(Cl)を含む気体状化合物とは、モノ・クロル・シラン(SiCl<sub>3</sub>H<sub>2</sub>)、ディ・クロル・エタン(CC<sub>1</sub>H<sub>2</sub>)、トリ・クロル・エタン(CC<sub>1</sub>H<sub>2</sub>)、四塩化炭素(CC<sub>1</sub>Cl<sub>4</sub>)等をさす。前記水素化硅素とはシラン(SiH<sub>4</sub>)、ジシラン(Si<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)等をさす。

前記過程は1秒～10秒を要する。また、前記過程がなされる装置において、リークがなく、この様な反応の雰囲気において、不純物は厳しく排除する必要がある。さもなくば、膜質が極度に悪くなる。

#### 作用

前記過程がなされる反応室において、前記基板表面で各気体分子の吸着と、それにひき続いで吸着された分子の反応が起こればよく、すなわち、急激な反応を避けた方が望ましい。従って、前記基板の温度は所定の温度以下でよく、この所定の温度は使用する原料気体によって異なるが、ほほ

500℃～900℃である。

従来の化学蒸着(CVD)法の場合に比べて、基板の温度が十分低い。従って、基板の耐熱性をそれほど要求しない。すなわち、基板の選択の幅がそれだけ広がる。また、基板の温度が低いだけ、生産性は向上する。前述の様に反応の温度を低くし得るだけ、基板支持用セプター等からの蒸発を小さくし得る、すなわち、形成された膜への不純物の混入を小さくし得る、このことは、形成された膜の再現性の向上にも寄与する。

本発明による炭化硅素(SiC)膜の形成法においては、原子の層を一層毎に形成するものであり、従って、膜のストイキオメトリーはおのずから保証される。

#### 実施例

以下に本発明の炭化硅素膜の製法について具体的な一実施例を述べる。まず、本一実施例において使用した装置を説明する。図面は使用した装置の構成断面図である。図において、1は反応室の外周、2は基板、3は基板支持用セプター、4

はヒーター、5は気体の排出用パイプ、6はメカニカル・ブースター・ポンプ、7は水素( $H_2$ )で希釈された硅素(Si)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、8は水素( $H_2$ )で希釈された炭素(C)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、9はパイプ7に属する電磁弁、10はパイプ8に属する電磁弁である。

## (実施例1)

10%に水素( $H_2$ )で希釈されたディ・クロル・シラン(SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)からなる気体を図においてパイプ7から、30%に水素( $H_2$ )で希釈されたプロパン・ガスをパイプ8から供給出来るよう整える。

基板2として溶融石英板を使用した。この溶融石英板をかるく化学腐食し、よく水洗し、乾燥させ、そのあと、反応室1のなかの基板支持用サセプター3の上に設置する。

電磁弁9と10を閉の状態とし、メカニカル・ブースター・ポンプ6を作動させて反応室1の内部を10<sup>-4</sup> torr程度に十分真空にする。この状態でヒ

ーター4を使って基板2の温度を550℃に昇温し、そのまま保つ。

つぎに、電磁弁9のみを1秒、閉の状態とし、その後、電磁弁9、10とも0.5秒、閉の状態とし、続いて電磁弁10のみを1秒、閉の状態とし、その後、電磁弁9、10とも0.5秒、閉の状態とする。この操作を1000回繰り返した。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、炭化硅素(SiC)の多結晶質のものであることが判った。

念のため、前述の条件で、ただし電磁弁9、10とも閉の状態にして40分保つという実験を別におこなった。結果、膜の沈積は起こらなかった。

## (実施例2)

実施例1と同様の実験を行った。ただし、実施例1のディ・クロル・シラン(SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)の代わりに0.5%のディ・ボラン(B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>)を含有するシラン(SiH<sub>4</sub>)を、プロパン(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)の代わりに四塩化炭素(CCl<sub>4</sub>)を用いた。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、炭化硅素(SiC)の多結晶質のものであることが判った。熱起電力測定の結果、弱いながらn型半導体の振舞いを示した。

## (実施例3)

実施例1と同様の実験を行った。ただし、実施例1のディ・クロル・シラン(SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)の代わりに1.5%のアンモニア(NH<sub>3</sub>)を含有するシラン(SiH<sub>4</sub>)を、プロパン(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)の代わりに四塩化炭素(CCl<sub>4</sub>)を用いた。

形成された膜は透明で、X線回折実験の結果、炭化硅素(SiC)の多結晶質のものであることが判った。熱起電力測定の結果、非常に弱いながらn型半導体の振舞いを示した。

## 発明の効果

高温用トランジスター・ダイオード素子用材料として、あるいは耐摩耗性材料として、あるいは高ヤング率材料として期待されている炭化硅素(SiC)膜に関してであり、産業上の価値は大なるものがある。

## 4. 図面の簡単な説明

図は反応装置の構成断面図である。

1……反応室の外囲、2……基板、3……基板支持用サセプター、4……ヒーター、5……気体の排出用パイプ、6……メカニカル・ブースター・ポンプ、7……水素( $H_2$ )で希釈された硅素(Si)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、8……水素( $H_2$ )で希釈された炭素(C)を含む気体状化合物を供給するためのパイプ、9……パイプ7に属する電磁弁、10……パイプ8に属する電磁弁。

代理人の氏名 弁理士 中尾敏男 ほか1名

- 1 — 反応室の外周
- 2 — 基板
- 3 --- 基板支持用アダプター
- 4 --- ピーパー
- 5 — 気体排出用パイプ
- 6 — メカニカル・ブスター・ポンプ
- 7 -- 水素(H<sub>2</sub>)を希釈された珪素(Si)を含む気体次化合物を供給するためのパイプ
- 8 — 水素(H<sub>2</sub>)を希釈された炭素(C)を含む気体次化合物を供給するためのパイプ
- 9 --- パイプ7に属する電磁弁
- 10 — パイプ8に属する電磁弁

